(19) Welterganisation für geistiges Eigentum Internationales Büro





(43) Internationales Veröffentlichungsdatum 27. Februar 2003 (27.02.2003)

PCT

## (10) Internationale Veröffentlichungsnummer WO 03/016578 A1

(51) Internationale Patenthlassifikation?: C14C 3/20. C081, 61/00

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP02/09186

(22) Internationales Anmeldedatum:

16. August 2002 (16.08.2002)

(25) Einreichungssprache: Demsch

(26) Veröffentlichungssprache: Doutsch

(30) Angaben zur Priorität: 101 40 551.0 17. Angust 2001 (17.08.2001) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): BASF AKTIENGESELLSCHAFT (DE/DE); 67056 Ludwigshafen (DB).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anneider (nur für US): PABST, Gunther (DE/DE): Gaussstrasse 12, 68165 Manaheim (DE). WOLF, Gerhard [DE/DE]; Plankstadter Strasse 11, 68775 Ketsch (DE), KAST, Jürgen [DE/DE]; Forststr, 31, 67459 Böhl-Iggelheim (DE), WERNER, Jürgen [DE/DE]; Safinonstrasse 53, 67098 Bad Dürkheim (DE).

(74) Anwalt: ISENBRUCK, Günter, Bardehle Pagenberg-Dost-Altenburg-Geissler-Isenbruck, Theodor-Heuss-Anlage 12, 68165 Mannheim (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): BR, CN, US.

(84) Bestimmingsstaaten (regional): europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR).

## Veröffentlicht:

--- mst internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes und Abbreviations") um Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazutte verwiesen.

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING TANNING AGENTS CONTAINING SULPHONE

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLENG SELFONHALTIGER GERBSTOFFE

(57) Abstract: The invention relates to a method for producing a solution of tanning agents containing sulphane. In said method, a) a component A is produced as follows: a1) phenol is reacted with concentrated sulpharic acid or with oleum with an SO<sub>3</sub> content of between 20 and 65 wt. %, or with a mixture of sulpharic acid and oleum with an SO<sub>3</sub> content of between 20 and 65 wt. %, whereby the molar ratio of total sulphuric acid, calculated in the form of SO<sub>3</sub> to phenol is between 0.7: 1 and 1.5: 1, at a temperature of between 100 and 180 °C; to obtain a mixture containing phenolsulphonic acid, dihydroxydiphenyl sulphone and sulpharic acid, or the individual components are blended to produce a corresponding mixture; a2) said mixture is subsequently condensed at between 40 and 90 °C; per mol of phenol units present with between 0.25 and 4 mol of unes and between 0.5 and 4 mol of an aliphatic aldehyde comprising between 1 and 6 C atoms, a3) optionally a pH value of between 4 and 5 is set by adding a base; b) a component B is produced as follows: b1) dihydroxydiphenyl sulphone is reacted with between 0.5 and 5 mol of an aliphatic aldehyde comprising between 1 and 6 C atoms and between 0.4 and 2 mol of sudium sulphite per mol of dibydroxydiphenyl sulphone, at a temperature of between 90 and 180 °C; b2) optionally a pH value of between 3.5 and 5.5 is set by adding an acid. c) Between 10 and 90 wt. % of component A is mixed with between 90 and 10 wt. % of component B, (the sum of A and B amounting to 100 wt. %) and if not already accomplished in steps a3) and b2), the pH value of the mixture is set at between 3.5 and 5.5.

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Herstellung einer Lösung sulfonhaltiger Gerbstoffe, bei dem man a) eine Komponente A herstellt, indem man a1) Phenol mit konzentrierter Schwefelsäure, mit Oleum eines SO<sub>3</sub>-Gehaltes von 20 bis 65 Gew. % oder mit einem Gemisch aus Schwefelsäure und Oleum eines SO<sub>3</sub>-Gehaltes von 20 bis 65 Gew. % wobei das Molverhältnis Schwefelgesamtsäure, gerechnet als SO<sub>3</sub>. zu Phenol von 0,7: 1 bis 1,5: 1 beträgt, bei einer Temperatur von 100 bis 180 °C zu einem Gemisch enthaltend Phenolsulfonsäure, Dihydroxydiphenylsulfon und Schwefelsäure reagieren lässt, oder durch Abmischen der einzelnen Komponenten ein entsprechendes Gemisch herstellt, a2) anschliessend bei 40 bis 90 °C pro Mol vorhandener Phenoleinheiten mit 0,25 bis 4 Mol Harnstoff und mit 0,5 bis 4 Mol eines aliphatischen Aldehyds mit 1 bis 6 C-Atomen kondensiert, a3) gegebenenfalls durch Zugabe einer Base einen pH-Wert von 4 bis 5 einstellt, b) eine Komponente B herstellt, indem man b1) Dihydroxydiphenylsulfon mit 0,5 bis 5 Mol eines aliphatischen Aldehyds mit 1 bis 6 C-Atomen und 0,4 bis 2 Mol Natriumsulfit pro Mol Dihydroxydiphenylsulfon bei einer Temperatur von 90 bis 180 °C reagieren lässt, b2) gegebenenfalls durch Zugabe von Säure einen pH-Wert von 3,5 bis 5,5 einstellt, c) 10 bis 90 Gew. % Komponente A mit 90 bis 10 Gew. % Komponente B, wobei die Summa ans A und B 100 Gew. % ergibt, abmischt und, falls nicht schon in Schritt a3) und b2) erfolgt, den pH-Wert des Gemischs auf 3,5 bis 5,5 einstellt.

WO 03/016578 A1